

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-234061

(43)Date of publication of application : 17.09.1990

(51)Int.Cl.

G01N 31/12
G01N 33/20

(21)Application number : 01-056891

(71)Applicant : HORIBA LTD

(22)Date of filing : 08.03.1989

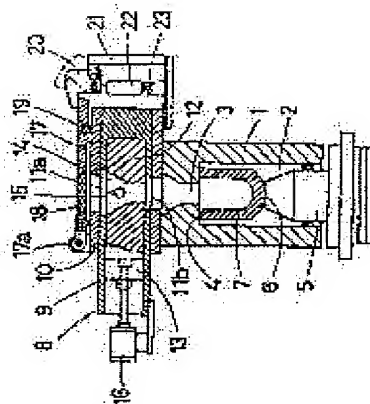
(72)Inventor : TSUJI KATSUYA
HIRANO AKIHIRO
SENDAI MITSUHIKO

(54) EXTRACTION METHOD FOR GAS FOR ANALYSIS OF SAMPLE

(57)Abstract:

PURPOSE: To melt a sample and to shorten the time required for extraction of gas for analysis by previously crimping and heating a crucible with upper and lower electrodes, maintaining the end state of main degassing, putting the sample into the crucible right after the arrival thereof, and immediately heating the sample to melt.

CONSTITUTION: The sample is put into the crucible 7 crimped by the upper and lower electrodes 1, 5 and the crucible 7 is heated to melt the sample and to extract the gas for analysis. The crucible 7 is crimped and heated with the upper and lower electrodes 1, 5 to end the main degassing before the arrival of the sample at this time. This state is maintained to stand by and the arrived sample is put into this crucible 7 and is heated, by which the gas for analysis is extracted. The extent of the time for the purpose of main degassing is, therefore, shortened at the time of extraction of gas for analysis and the time before the result of the analysis of the analysis component is elucidated after the arrival of the sample is shortened. Contribution is thus made to the reduction of the steel making cost on steel making site.



⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)9月17日

G 01 N 31/12
33/20Z
L8506-2G
8506-2G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 試料の分析用ガス抽出方法

⑯ 特 願 平1-56891

⑰ 出 願 平1(1989)3月8日

⑱ 発 明 者 辻 勝 也 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地 株式会社堀場製作所内

⑲ 発 明 者 平 野 彰 弘 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地 株式会社堀場製作所内

⑳ 発 明 者 千 代 光 彦 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地 株式会社堀場製作所内

㉑ 出 願 人 株式会社堀場製作所 京都府京都市南区吉祥院宮ノ東町2番地

㉒ 代 理 人 弁理士 藤本 英夫

明 細 書

1. 発明の名称

試料の分析用ガス抽出方法

2. 特許請求の範囲

上部電極と下部電極とで挟持されたるつばに金属などの試料を入れて、前記るつばを加熱し試料を融解して、分析用ガスを抽出する方法において、前記試料の到着前に、上部電極と下部電極とでるつばを挟持加熱してるつばの主脱ガスを終了し、かつその状態を維持して待機し、到着した試料を、前記待機中のるつばに入れて加熱し、分析用ガスを抽出することを特徴とする試料の分析用ガス抽出方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、金属その他の試料をるつばで融解して、その分析成分である酸素、窒素などのガスを抽出する方法に関するものである。

(従来の技術)

るつばに入れた金属などの試料を融解して、そ

の分析用ガスを抽出する方法として、例えば、第3～4図に示した抽出装置を使用した、特開昭61-194359号公報に開示されたものが知られている。

第3～4図において、41は支持部材で、これに取付けられた上部電極42の収容凹部43に、るつば44が挿入されている。45はるつば44を支持する下部電極で、これは流体シリンダ(図示省略)で上下動させるように構成されている。46は試料の投入孔である。

47は試料投入器、48a, 48b は平行に設けられた一対の貫通孔で、これらの下端部を折曲して連通させるとともに、投入孔46に連通している。49a, 49b は貫通孔48a, 48b を、それらの径方向に貫通してスライド可能に設けられた筒状シャックで、これらに貫通孔48a, 48b に連通可能に、上部孔50a, 50b と下部孔51a, 51b が設けられている。52a, 52b は筒状シャック49a, 49b に挿入されたガイドロッドで、これらには貫通孔48a, 48b に連通可能な保持孔53a, 53b が形成されている。

54a, 54b は貫通孔48a, 48b と連通して配置された試料の投入筒、55はスライド可能なプレートシャッタで、通孔56a, 56b が設けられている。57は筒状シャッタ49a をスライドさせるエアシリンダで、筒状シャッタ49b もエアシリンダ(図示省略)でスライドさせる。58はプレートシャッタ55をスライドさせるエアシリンダである。

この抽出装置による分析用ガスの抽出は、分析用試料が到着すると、プレートシャッタ55のスライドで投入筒54a, 54b を開き、かつ筒状シャッタ49a, 49b のスライドで、保持孔53a, 53b の下端側を閉鎖して、例えば、投入筒54a にフラックスを、投入筒54b に前記試料を入れる。このフラックスと試料は、前記保持孔53a, 53b 内に止まる。そして、プレートシャッタ55を閉じる。

一方、上部電極42と下部電極45でるつぼ44を挟持し、それに通電加熱して主脱ガスを行い、そのガスは系外に排出する。そして、筒状シャッタ49a の下部孔51a を保持孔53a に重ねて、フラックスをるつぼ44に落下させ、その補助脱ガスを、前

ている。

そして、近年、製鋼では \bar{O}/N 成分の精練技術が著しく向上しており、サンプリングした試料を、前記したような分析用ガスの抽出装置で融解し分析用ガスを抽出して、それを分析装置に移送して、 \bar{O}/N 成分を分析し、その結果を製鋼現場にフィードバックしている。

したがって、前記分析用ガスの抽出、分析についても、それに要する時間を更に短縮することが、前記製鋼コストなどの面から求められている。

本発明は上記のような課題を解決するものであって、試料を融解して、その分析用ガスを抽出するために要する時間を更に短縮することを目的とするものである。

(課題を解決するための手段)

本発明の分析用ガス抽出方法は、上部電極と下部電極とで挟持されたるつぼに金属などの試料を入れて、前記るつぼを加熱し試料を融解して、分析用ガスを抽出する方法において、前記試料の到着前に、上部電極と下部電極とでるつぼを挟持加

記主脱ガスよりも低温で短時間行う。

次に、筒状シャッタ49b の下部孔51b を保持孔53b に一致させて、試料をるつぼ44に落下させて、フラックスと試料とを加熱融解し、その発生ガスをキャリアガスで、分析装置(図示省略)に移送し分析するものである。

この分析用ガスの抽出と分析の概略の流れ図を第2図(B)に示した。

(発明が解決しようとする課題)

前記従来の分析用ガス抽出方法は、分析用の試料が抽出装置に到着すると、上部電極42と下部電極45でるつぼ44を挟持し加熱して、その主脱ガスを行う。このるつぼ44の主脱ガスを十分に行うためには、30秒以上程度の時間が必要であり、この主脱ガスを行っている間は、分析用ガスの抽出工程は待機状態になる。

一方、例えば、製鋼には電気炉などが使用されているが、製鋼コストに占める電気などの燃費の割合はかなり高くなるから、製鋼工程で消費する時間は、秒単位で製鋼コストに関連すると言われ

熟してるつぼの主脱ガスを終了し、かつその状態を維持して待機し、到着した試料を、前記待機中のるつぼに入れて加熱し、分析用ガスを抽出することを特徴とするものである。

(作用)

前記分析用ガスの抽出方法は、分析用試料が到着する前に、上部電極と下部電極でるつぼを挟持し、そのるつぼを加熱し主脱ガスを終了して、この主脱ガスを終了した状態を維持させて試料が到着するまで待機する。すなわち、試料をるつぼに投入すると、それをただちに加熱することが可能な状態で待機する。そして、試料が到着すると、それをるつぼに入れて加熱し、発生した分析用ガスを抽出するものである。

(実施例)

本発明の試料の分析用ガス抽出方法の実施例を、第1図に示した分析ガス抽出装置について説明する。

第1図において、1は上部電極で、その下部側に収容凹部2が形成されている。3は収容凹部2

に連通させて形成された試料の投入孔で、その口部周囲に電極面4が形成されている。5は収容凹部2に挿入される下部電極で、その頂面に電極面6が形成され、かつこの下部電極5は、エアシリンダなどの流体シリンダ(図示省略)で、収容凹部2に出し入れするように構成されている。

7は黒鉛で形成されたるつぼで、上部電極1と下部電極5の電極面4、6で挟持し、るつぼ7に直接通電して、ジュール熱で加熱するように構成されている。

8は試料投入器、9は試料投入器8を構成するシリンダで、これは筒状の支持部材10で支持され、かつシリンダ9と支持部材10には、前記投入孔3の軸線に沿って上部孔11aと下部孔11bが形成されている。12は上部孔11aを通過した試料を下部孔11bに導くために、シリンダ9内に設けられた固定部材、13は固定部材12から離間、またはそれに当接して、下部孔11bを開閉するように、シリンダ9内にスライド可能に設けられた開閉部材で、固定部材12と開閉部材13の相対した各面の上側

を斜面にして、これらを実線と鎖線とで示したように当接させたときに受部14を形成するように構成されている。15はシリンダ9の一部に形成された不活性ガス送入孔で、これに接続された不活性ガス供給装置(図示省略)から不活性ガスが供給される。

16は開閉部材13をスライドさせるエアシリンダ、17は上部孔11aを開閉する板状のシャッタで、その端部がシリンダ9に軸17aで上下方向に揺動可能に取り付けられ、かつ上部孔11aと重なる位置に透明の窓18が設けられている。19はシャッタ16の下面に取り付けられたシール材、20はシャッタ16を固定するフックで、その端部がブラケット21に軸着されている。22はフック20を揺動させるエアシリンダで、その端部が軸23でスイング可能に支持部材10に取付けられている。

この抽出装置による分析用ガスの抽出は、分析用試料が到着する前に、シャッタ17で上部孔11aを閉鎖し、かつシャッタ17をフック20で加圧固定する。また、下部電極5を上昇させて、それと上

部電極1とでるつぼ7を挟持し、かつるつぼ7に通電し高温で加熱して、るつぼ7の主脱ガスをを行い、そのガスを系外に排出する。

そして、不活性ガス送入孔15から不活性ガスを送入し、それでるつぼ7を包囲するようにし、かつシリンダ9、投入孔3、るつぼ7などに入る大気をバージして、るつぼ7に前記主脱ガスが終了した状態を維持させる。この状態で分析用試料が到着するまで待機する。

すなわち、例えば、製鋼現場では、その工程の進行程度によって、分析用試料がサンプリングされる時間をほぼ予測することができるから、その試料の到着前にあらかじめるつぼ7を上部電極1と下部電極5とで挟持加熱して、その主脱ガスを終了し、かつその状態を維持して待機する。

分析用試料が到着すると、開閉部材13を固定部材12を当接させるとともに、フック20をシャッタ17から分離し、シャッタ17を上方に移動させて上部孔11aを開いて、前記試料を固定部材12と開閉部材13とで構成した受部14に入れる。

そして、るつぼ7の脱ガスをより完全化するため、るつぼ7を、前記主脱ガスよりも低温で短時間加熱する補助脱ガスを行ってから、開閉部材13を固定部材12から離間させ、受部14の試料をるつぼ7に落下させて、それを加熱融解し抽出した分析用ガスを分析装置(図示試料略)に移送して、その酸素、窒素などを分析し、その結果を製鋼現場などにフィードバックするものである。

前記のように、分析用ガスの抽出工程において、30秒以上程度の相対的に長い時間を必要とするるつぼ7の主脱ガス工程を、試料の到着前にあらかじめ終了しており、試料が到着すれば、それをただちにるつぼ7で加熱融解し、発生したガスを分析装置に移送し分析することができる。

前記実施例の概略流れ図を、第2図(A)に示した。

一方、第2図(B)は、前記したように、従来例の分析用ガス抽出方法の概略流れ図であり、両方法の比較を容易にするため、各流れ図の「試料到着」ブロックを一致させて示している。

この第2図(A)、(B)からも、各工程ブロックの長さを、その所要時間と仮定すれば、試料が到着してから、その分析用ガスを抽出して分析結果が判明するまでに要する時間において、前記実施例の方法は、前記従来例の方法に比して、るつぼ7の主脱ガスをするために要する時間程度を短縮することができることが明らかである。

したがって、例えば、製鋼現場において試料の分析のために消費する時間をやや短縮して、製鋼コストの引き下げに寄与することができる。

なお、前記実施例では、試料を受部14に入れた状態でるつぼ7の短時間の補助脱ガスを行っている。

しかし、例えば、酸素はるつぼ7に吸着されやすく、窒素は吸着されにくいから、測定成分に対応して補助脱ガスの実施を選択することができる。また、るつぼ7の主脱ガス終了後に、前記のように、るつぼ7を不活性ガスで包囲しておけば、大気をバージして、るつぼ7に大気が接触することを阻止することができ、主脱ガスが終了してから

試料が到着するまでの時間が短くなるようにすることによっても、るつぼ7に対する大気の接触を防ぐことができるから、補助脱ガスを行うことについては任意である。

そして、るつぼ7の前記補助脱ガスを行う場合は、試料やフラックスの脱ガスと同時に進行することも可能である。

なお、本発明の分析用ガス抽出方法を実施する抽出装置については、任意の構成の抽出装置が使用できるものであって、この抽出装置の構成に応じて、前記補助脱ガスの実施、不実施を決定することもできる。

(発明の効果)

本発明の試料の分析用ガス抽出方法は、上記のように、分析用試料が到着する以前に、あらかじめ上部電極と下部電極とでるつぼを挟持加熱して、主脱ガスを終了し、かつこの主脱ガスが終了した状態を維持して、試料の到着まで待機する。そして、試料が到着すると、それを前記待機しているるつぼに入れてただちに加熱溶解して、その分析

用ガスを抽出することができる。

したがって、試料の到着後において、従来例のように、るつぼの主脱ガスに時間を消費することは不要であって、分析用ガスの抽出において、るつぼの主脱ガスのために要する時間程度を短縮することが可能である。このため、試料が到着してから、その分析成分の分析結果が判明するまでの時間を短くして、例えば、製鋼現場における製鋼コストの低減に寄与することができる。

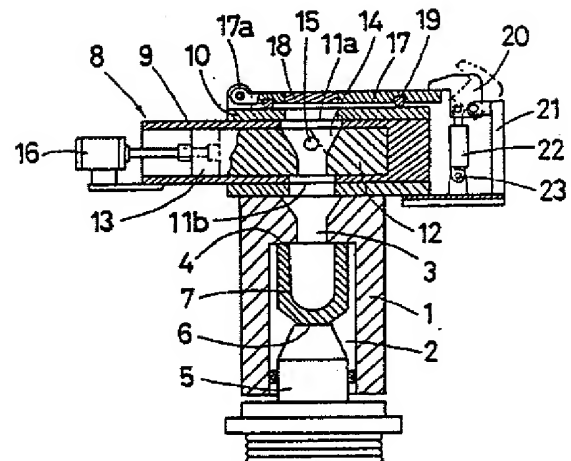
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明を実施する分析用ガス抽出装置の一例を示す断正面図、第2図(A)は本発明の実施例の流れ図、第2図(B)は従来例の分析用ガス抽出方法の流れ図、第3～4図は従来例の分析用ガス抽出方法を実施する抽出装置を示し、第3図は断正面図、第4図は要部の断面図である。

1：上部電極、5：下部電極、7：るつぼ。

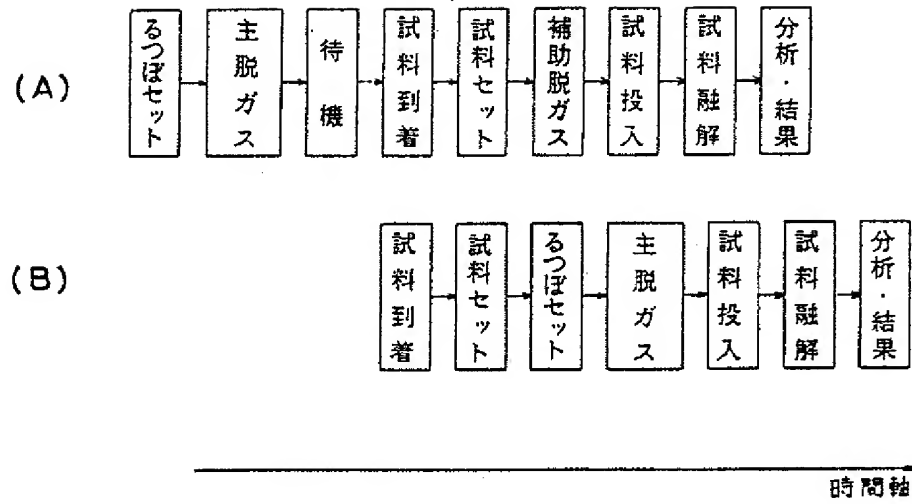
出願人 株式会社 堀場製作所
代理人 弁理士 藤本英夫

第1図

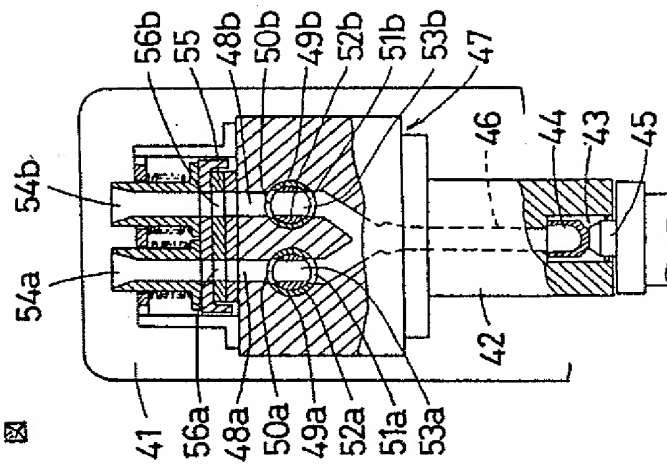


1：上部電極
5：下部電極
7：るつぼ

第 2 図



第 3 図



第 4 図

